ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ
С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСХ СССР

М Е Т О Д Ы
ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Часть V

М о с к в а, 1971 г.

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С
ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ
ПРИ МСХ СССР

Утверждено

Заместителем Главного санитарного
врача Союза ССР

Д.Н.Лоранским

1971 г.

М Е Т О Д Ы
ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Часть У.

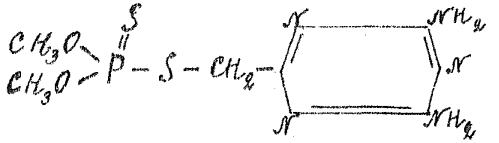
Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР

М о с к в а
1971 г.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ САЙФОСА В ВОЗДУХЕ МЕТОДОМ ХРОМАТОГРАФИИ В ТОНКОМ СЛОЕ

Характеристика препарата

Сайфос – О,О-диметил- – (4,6-диамино-I,3,5-триазинил-2-метил) дитиофосфат



Синонимы: меназон; РР-I75

Принцип метода[I)]

Метод основан на адсорбции паров сайфоса твердым поглотителем, извлечении из твердого поглотителя органическим растворителем и дальнейшем определении его методом хроматографии в тонком слое силикагеля. Подвижным растворителем при хроматографировании сайфоса служит смесь – ацетон: н-гексан:аммиак I5:5:8. Зоны локализации препарата обнаруживают после обработки пластинок раствором бромфенолового синего с азотнокислым серебром с последующим обесцвечиванием фона уксусной кислотой. Количественное определение производят путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен проб и стандартных растворов. Чувствительность определения 0,2 мкг в пробе. Метод специфичен в присутствии других тиофосфорных соединений (фозалона, фенкаптона, фталофоса, цидеала, тиофоса, фосфамида, метафоса и др.). Чистый препарат представляет собой белый кристаллический порошок с температурой плавления I60-I62°С. Растворимость его в воде 0,I%, он трудно растворим в большинстве органических растворителей. Выпускается препарат в виде 70% смачивающегося порошка и гранул для внесения в почву.

I) Разработан М.А.Клисенко, М.В.Письменной, ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс, г.Киев

Реактивы и растворы

Диэтиловый эфир медицинский, ацетон х.ч., н-гексан х.ч., аммиак с удельным весом 0,9.

Силикагель ШСК или КСК, предварительно отмытый. Для этого его заливают на 18–20 часов разбавленной 1:1 соляной кислотой, затем кислоту сливают, промывают силикагель водой и кипятят его в течение 2–3 часов с разбавленной 1:1 азотной кислотой в круглодонной колбе с обратным холодильником на песочной бане. Обработанный таким образом силикагель промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод, сушат в сушильном шкафу при температуре 180°С в течение 4–6 часов. После этого силикагель дробят и просеивают. Для хроматографирования используется силикагель просеянный через сито 100 меш. (1600 отверстий на $см^2$). Для отбора проб используется силикагель зернением 1 мм. Хранят силикагель в склянках с притертыми пробками.

Фильтры АФА-ХА 18 или АФА-В 18

Крахмал растворимый

Бромфеноловый синий водонерастворимый (индикатор)

Уксусная кислота к.ч.

Азотнокислое серебро х.ч.

Проявляющий реактив: 0,05 г бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона и доводят до 100 мл раствором азотнокислого серебра в водном ацетоне (ацетон-вода 3:1).

Стандартный раствор сайфоса на эфире или этиловом спирте с содержанием препарата 100 мкг/мл по действующему началу (10 мг х.ч. сайфоса или 14,3 мг 70% в 100 мл растворителя).

Приборы и посуда

Стеклянные пластинки для хроматографирования. Пластинку размером 9х12 тщательно промывают содой, хромовой смесью, дистиллированной водой и сушат в вертикальном положении.

Перед нанесением сорбционной массы пластинку протирают спиртом.

Мерные колбы на 50 и 100 мл

Колбочки круглодонные на 50 мл

Пульверизаторы стеклянные

Камера для хроматографирования

Микропипетка или шприц для нанесения стандартных растворов.

Капиллярные пипетки для нанесения проб

Камера для опрыскивания хроматограмм

Гофрированные трубки для отбора проб воздуха на силикагель.

Патроны для фильтров при отборе проб воздуха на фильтры.

Бани водяные

Стеклянные стаканы на 50 мл

Аспиратор или воздуходувка с реометром.

Приготовление пластинок

Для приготовления сорбционной массы на 15 пластинок берут 40 г силикагеля, подготовленного как описано выше, 1 г крахмала и 125 мл дистиллированной воды. Заваривают крахмал в небольшом количестве воды (15-20 мл), дают ему закипеть, затем выливают его в остальную воду, хорошо перемешивают, засыпают силикагель и снова тщательно перемешивают. 10 г сорбционной массы наливают на пластинку и равномерно распределяют по поверхности. Сушат при комнатной температуре, хранят в эксикаторе.

Отбор пробы воздуха

Пробы воздуха на сайфос можно отбирать на фильтры АФА-ХА 18 или АФА-В-18, а также на силикагель марки КСК или ШСК, титый как описано выше.

При отборе пробы сайфоса на фильтры в патрон (фильтродержатель) закладывают один фильтр АФА-В-18 или два фильтра АФА-ХА-18.

При отборе пробы на силикагель стеклянные гофрированные трубки плотно заполняют силикагелем. Между силикагелем и стенками трубок не должно быть незаполненного пространства. Чтобы силикагель не высыпался, концы трубок закрывают ватными тампонами. После отбора пробы концы трубки на стык закрывают резиновыми трубками, закрытыми с одной стороны кусочком стеклянной палочки.

При отборе пробы 40-50 л воздуха протягивают через фильтр или силикагель со скоростью 1-1,5 л/мин.

Описание определения

Фильтр вынимают из патрона, переносят в стаканчик, приливают 10 мл эфира и хорошо палочкой перемешивают. Сливают эфир в круглодонную колбочку и повторяют экстракцию еще дважды. Эфирные экстракты объединяют, упаривают растворитель на водяной бане (температура бани не более 40°С) до небольшого объема (около 0,2 мл) и хроматографируют.

К гофрированной трубке с силикагелем присоединяют на стык небольшую воронку и промывают силикагель 30-40 мл эфира. Воронку следует присоединять к тому концу, который был соединен с аспиратором (поэтому при отборе проб на силикагель необходимо отмечать этот конец). Эфирные экстракты упаривают на водяной бане до небольшого объема (0,2 мл), а затем хроматографируют.

Хроматографирование

На хроматографическую пластинку на расстоянии 1,5 см от нижнего края пластинки при помощи капиллярной пипетки наносят на середину пластинки исследуемую пробу в одну точку так, чтобы диаметр пятна не превышал 1 см. Колбочку с экстрактом три раза смывают небольшими порциями эфира (по

0,2 мл), который затем также наносят в центр первого пятна. Справа и слева от пробы на расстоянии 2 см наносят стандартные растворы, содержащие 2, 5, 10 или 20 мкг препарата. Стандарты наносят микропипеткой или шприцом.

Пластинку с нанесенными растворами помещают в камеру для хроматографирования, в которую за 30 мин. до разгонки налита смесь растворителей – ацетон:н-гексан:аммиак 15:5:8 по объему. Край пластинки должен быть погружен в растворитель не более, чем на 0,5 см.

После того как фронт растворителя поднимется на 10 см, пластинку вынимают из камеры и оставляют на несколько минут на воздухе до испарения растворителя. Затем пластинку опрыскивают раствором бромфенолового синего и помещают в сушильный шкаф на 10 мин. при температуре 35–40°С. Затем пластинку опрыскивают 10% раствором уксусной кислоты и накрывают чистой стеклянной пластинкой. В присутствии сайфоса появляются синие пятна на желтом фоне. R_f сайфоса в указанных условиях хроматографирования 0,44.

Количественное определение производят путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен проб и стандартных растворов.

Величина R_f зависит от адсорбента, размера его частиц, количества и природы связующего материала, толщины слоя, природы подвижного растворителя, расстояния, пройденного растворителем, температуры и времени насыщения камеры. Поэтому следует производить определение с соблюдением постоянства перечисленных факторов.

Так как подвижный растворитель – смесь, необходимо для каждой пластинки или каждой серии пластинок при одновременной разгонке заливать в камеру новую смесь за 30 мин. до хроматографирования.

Расчет результатов анализа производят по формуле

$$X = \frac{A}{1000 \cdot V} \text{ мг/л, где}$$

X – содержание исследуемого препарата в исследуемой пробе, мг/л;

A – количество препарата, найденное путем визуального сравнения со стандартом, мкг;

V – объем пропущенного воздуха, приведенный к нормальным условиям, л.

СОДЕРЖАНИЕ

Стр.

Методические указания по разработке газо-хроматографических методов анализа остаточных количеств пестицидов
составлено Пивоваровым Г.А. — I

ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПРЕПАРАТЫ

Определение хлорорганических ядохимикатов (алдрина, гексахлорана, гептахлора, ДДТ, ДДД, ДДЭ и др.) в воде, овощах, фруктах и биологических средах методом газовой хроматографии- авторы: Гиренко Д.Б., Клисенко М.А. — II

Определение ДДТ, ДДЭ, ДДД, линдана и ТХМ-3 в молоке и молочных продуктах методом газовой хроматографии
авторы: Молочников В.В., Мочалов В.И., Моргунова А.П. — 18

Колориметрический метод определения ДДТ в молоке и молочных продуктах
авторы: Молочников В.В., Мочалов В.И. — 23

Определение остаточных количеств гексахлорбутадиена в вине, соке и воде методом газо-жидкостной хроматографии с использованием детектора по захвату электронов
авторы: Пивоваров Г.А., Гар К.А., Алексеева Е.М., Тимофеева О.Н., Шварцман Г.А. — 27

Спектрофотометрическое определение гексахлорбутадиена (ГХБД) в воздухе
авторы: Гулько А.Г., Драновская Л.М. — 33

Определение в растительных маслах ДДТ, Гамма-ГХЦГ и др. хлорорганических пестицидов
авторы: Клисенко М.А., Юркова З.Ф., — 36

Определение ДДТ, ГХЦГ, альдрина и гексахлорбензола в хлопковых протах, обогащенных и необогащенных липидами
авторы: Белова А.Б., Новикова Л.В. — 38

Определение ДДТ, ГПХ и γ -ГХЦГ в почве, сахарной свекле и картофеле методом тонкослойной хроматографии
авторы: Косматый Е.С., Гриценко Н.Н., — 47

Колориметрический экспресс-метод определения ДДТ в корне- и клубнеплодах 49
автор: Стешковская Л.А.

Определение полихлорпинена в воде, почве, картофеле свекле, ее ботве, мясе в присутствии ДДТ и других хлорорганических пестицидов и полихлоркамфена в почве 58
авторы: Клисенко М.А., Верблюдова Н.И., Косматый Е.С., Гриценко Н.И.

Определение остатков ГХЦ в растениях методом тонкослойной хроматографии 68
авторы: Косматый Е.С., Полонская Ф.И., Тверская Б.М.

Определение кельтана в огурцах методом тонкослойной хроматографии 66
авторы: Фомичева Л.Г., Ефимова Л.И.

Определение эфирсульфоната в винограде, соке, воде вине методом ТСХ 71
авторы: Голубев Т.И., Владимирова Л.Г., Колобродова Ю.И.

Фосфорорганические соединения

Определение акрекса и каратана в растительных продуктах и воде 74
авторы: Клисенко М.А., Шигидина А.М.

Определение бутифоса в продуктах промышленной переработки хлопка-сырца ~~семенах~~ хлопчатника методом тонкослойной хроматографии 80
авторы: Талипов Ш.Т., Джинбаева Р.Х., Халимова У.Х., Шейнина Р.И., Белобородова Н.Ф.

Полярографический метод определения метилнитрофоса в растительной пробе и почве 86
авторы: Патрашку Ф.И., Сороцкая Л.Б.

Бумажно-хроматографический качественный и колориметрический количественный методы определения метилнитрофоса в растительной пробе и почве 90
автор: Патрашку Ф.И.

Определение трихлорметафоса-3 в молоке и молочных продуктах с помощью тонкослойной хроматографии
авторы: Молочников В.В., Серебренникова В.А., Мочалов В.М. 96

Определение фосфамида, антио и карбофоса в воздухе методом газо-жидкостной хроматографии
авторы: Клисенко М.А., Гиренко Д.Б. 103

Определение сайфоса в воде, продуктах питания растительного происхождения, почве и биологическом материале
авторы: Клисенко М.А., Письменная М.В. 107

Определение сайфоса в воздухе методом хроматографии в тонком слое
авторы: Клисенко М.А., Письменная М.В. 114

Определение остаточных количеств фталофоса и фозалона в растительном материале, почве и воде
авторы: Новикова К.Ф., Мельцер Ф.Р. 120

Качественный и количественный методы определения фозалона в яблоках, яблоневых листьях, почве и воде
автор: Вылегжанина Г.Ф. 128

Определение фталофоса в молоке и мясе методом тонкослойной хроматографии
авторы: Заболотный К.Ф., Метелица В.К., Непоклонов А.А. 133

Количественное колориметрическое определение хлорофоса в молоке
автор: Стемпковский Л.А. 137

Определение амидофоса в молоке и мясе
авторы: Непоклонов А.А., Метелица В.К. 143

Определение байтекса в молоке и мясе
авторы: Родэ А.П., Непоклонов А.А. 150

Биохимический агар-диффузный метод определения фосфорорганических инсектицидов в продуктах животного происхождения
авторы: Непоклонов А.А., Метелица В.К. 156

Производные карбаматов

Колориметрический метод определения купрацина-I, купрацина-II, Манеба, Марцина, ТМТД в воздухе, продуктах питания растительного происхождения и биологических средах
авторы: Клисенко М.А., Векштейн А.Ш., 162

Экспрессное определение тетраметилтиурамдисульфида (ТМТД) в зерне и зернопродуктах
автор: Николаев А.В. 164

Определение остаточных количеств дикрезила в биологических средах методом тонкослойной хроматографии
автор: Сивохин П.А. 167

Прочие соединения

Определение 2-метокси-3,6-дихлорбензойной кислоты методом газо-жидкостной хроматографии
авторы: Рыжков А.А., Гейд Ю.П., Бабин Е.П., Свириденко А.С., Чекавская Л.А. 172

Количественное определение дикамбы (дианата, банвела-Д) в растениях и в почве методом хроматографии в тонком слое
авторы: Березовский М.Я., Самосват Л.С., Никотин В.В. 179

Определение диурона, линурона, монурона, пропанида, солана, фалорана в воде, почве, овощах методом хроматографии в тонком слое
автор: Самосват Л.С. 184

Колориметрический метод определения когорана (пахтарона) в хлопковом масле
авторы: Новикова К.Ф., Мельцер Ф.Р., Алдошина Т.В. 188

Качественное и количественное определение каптана и фталана в вине, виноградном соке, листьях и ягодах винограда, в почве и воде 193
авторы: Вайнтрауб Ф.П., Дронь Л.П.

Определение мельпрекса в воздухе 199
авторы: Сорокина Л.В., Клисенко М.А.

Определение прометрина в почве, воде и растительном материале методом хроматографии в тонком слое 203
автор: Дроздова О.А.

Определение феназона в свекле, почве и воде 207
авторы: Эгерт В.Э., Лиелгалве А.А.

Определение хлората магния в препарате-дефолианте, хлопковом масле, шроте, жмыхе, семенах, ядрах семян и волокне хлопчатника 213
авторы: Талипов Ш.Т., Жиянбаева Р.Х., Халимова У.Х., Белобородова Н.Ф.

gost.e-ecolog.ru